

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-031306

(43)Date of publication of application : 13.02.1986

(51)Int.Cl.

C01B 21/064

B01J 27/24

(21)Application number : 59-151276

(71)Applicant : SHOWA DENKO KK

(22)Date of filing : 23.07.1984

(72)Inventor : MAKI MASAKAZU

## (54) PREPARATION OF CUBIC BORON NITRIDE

## (57)Abstract:

PURPOSE: To prepare cubic boron nitride having superior idiomorphic characteristic and high toughness contg. no flat particles and having sharp edge at the corner of the particles by treating hexagonal boron nitride at high temp. and high pressure in the presence of a specified catalyst.

CONSTITUTION: In the process for synthesizing cubic boron nitride (CBN) from hexagonal boron nitride (HBN), HBN is treated at high temp. and under high pressure in the presence of LiMBN<sub>2</sub> (M is an alkaline earth metal) and Ca<sub>5</sub>Si<sub>2</sub>N<sub>6</sub> as catalyst. The amt. of the catalyst to be used is 3W50pts.wt. LiMBN<sub>2</sub> and 0.01W5.0pts.wt. Ca<sub>5</sub>Si<sub>2</sub>N<sub>6</sub> per 100pts.wt. HBN. Suitable temp. and pressure are 1,300W1,600° C, and 40W60kbar respectively. By this process, a strong and tough CBN having satisfactorily grown [111] crystal face, with superior idiomorphic characteristic and sharp edge at the corner of the crystal particle is obt'd.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## ⑫ 特 許 公 報 (B 2)

平5-95

⑮ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

②④公告 平成5年(1993)1月5日

B 01 J 3/06  
C 01 B 21/064

V 2102-4G

発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 立方晶窒化ホウ素の製造法

⑯ 特 願 昭59-151276

⑰ 公 開 昭61-31306

⑱ 出 願 昭59(1984)7月23日

⑲ 昭61(1986)2月13日

⑳ 発 明 者 牧 昌 和 長野県塩尻市広丘高出1951-6

㉑ 出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門1丁目13番9号

㉒ 代 理 人 弁理士 寺 田 寛

審 査 官 鈴 木 紀 子

1

2

## ㉓ 特許請求の範囲

1 六方晶窒化ホウ素から高温、高圧下で立方晶窒化ホウ素を製造する方法において、触媒として  $\text{LiMBN}_2$  (但し、Mはアルカリ土類金属) と  $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$  を用いることを特徴とする方法。

2 六方晶窒化ホウ素100重量部に対し、 $\text{LiMBN}_2$  5~50重量部、 $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$  0.01~5.0重量部を用いる特許請求の範囲第1項記載の方法。

## 発明の詳細な説明

## (技術分野)

本発明は研削材、切削材等に用いられる立方晶窒化ホウ素(以下CBNという)の製造法に関する。

## (従来技術)

一般にCBNは六方晶窒化ホウ素(以下HBNという)からCBNの熱力学安定域である高温、高圧下で製造される。

CBNはダイヤモンドに次ぐ硬さを有し、しかも化学的安定性、特に鉄系被削材に対し安定性がダイヤモンドより優れているため研削材としての需要が増大している。

CBNの工業的製造方法としてはHBN粉末と触媒粉末(アルカリ金属、アルカリ土類金属及びその窒化物、合金、又はホウ窒化物が知られている)を混合し1300~1600℃、40~60kbarの高温、高圧を加える方法が行なわれている。

ところで研削材としてのCBN粒子は緻密で透明性が良く、鋭い切削刃を有し圧壊強度の高い良質

なものであることが望ましい。しかし従来の方法では必ずしも十分な品質のものが得られていないのが実情である。特願昭58-73359にはHBNに対しSiとして0.01~1.0重量%添加することで上記目的を満足するCBN砥粒が得られることが記載されているが、HBNとの混合が機械的混合であるため完全に均一に混合されず、Siの効果を出すために過剰のSi分を添加しなくてはならず、収率の低下をもたらす結果となっている。

## 10 (発明の目的)

本発明は上記の事情に鑑み、粒子の角が鋭い切削刃となっており、結晶の(111)面が発達した強靱なCBNを提供することを目的とする。さらに他の目的は比較的取扱い易い触媒を使用して自形性に優れたCBNを提供することにある。

## (発明の構成)

本発明の要旨はHBNからCBNを合成する方法において、 $\text{LiMBN}_2$  (Mはアルカリ土類金属) と  $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$  を触媒として用いることにある。Siが触媒物質中に含有されているため、CBN合成時にSiが均一に作用し、CBN粒子の角が鋭い切削刃をもち、かつ強靱なCBNを得ることができる。同様の効果は  $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$  の代りに  $\text{Li}_8\text{SiN}_4$  を用いても得られるが、 $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$  の場合はさらに自形性の優れたCBNとなる効果を有する。また  $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$  は  $\text{Li}_8\text{SiN}_4$  より水分に対して安定性が大であり、取扱いが容易である。

$\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$  はBNの溶解度は小さいが触媒作用が

## 3

あるので過剰に入れてもCBNの成長が抑制されることは少ない。

以下本発明を詳しく説明する。

本発明は触媒として $\text{LiMBN}_2$ と $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$ を用いるが、これらは粉末にして所定量HBN粉末に混合する。上記でMはアルカリ土類金属であるが、好ましくはCa、Ba、Srである。

$\text{LiMBN}_2$ の製法は1例として $\text{Li}_3\text{N}$ 、 $\text{M}_3\text{N}_2$ 、BNを出発物質とし、これらを前記の順にモル比で1~1.4:1~1.4:3の割合で混合し、加熱溶解して反応させる。溶解温度より約200℃高い温度が適当である。溶解温度は前記の組成で約800~1000℃である。上記の温度で約1時間保持した後冷却すれば $\text{LiMBN}_2$ が得られる。

$\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$ の製法は $\text{Ca}_3\text{N}_2$ : $\text{Si}_3\text{N}_4$ を2.5~3:1の割合で混合し、不活性ガス中で約1000℃に1時間程度保持して反応させればよい。

上記2種の触媒は不活性ガス雰囲気下で150メッシュ以下に粉砕して用いる。

触媒の使用量はHBN100重量部に対し、 $\text{LiMBN}_2$ 5~50重量部、望ましくは10~30重量部である。5重量部未満ではCBNの収率が低下し、50重量部を越えるとCBNの良品が得られない。

また $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$ はHBN100重量部に対し、0.01~5.0重量部、望ましくは0.05~20重量部である。0.01重量部未満ではCBNに鋭い切刃を形成させる効果が少なく、丸味をもった形状となり5.0重量部を越えるとCBNの収率が低下する。

CBNの合成に際して原料HBN及び上記触媒の構成方法としては、これら3者を所定量均一に混合し、圧粉成形する方法、 $\text{Li}_3\text{SiN}_4$ をHBN又は $\text{LiMBN}_2$ に混合し、夫々圧粉成形して薄板となし、所定の比率になるように積層する方法などが採用される。

本発明においては触媒は予じめ $\text{LiMBN}_2$ 、 $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$ を合成しておくことが重要である。これらの構成成分を用いてCBNを合成すれば、その昇温過程で上記と同じ触媒化合物が生成することは考えられるが、その方法では構成成分が触媒とした結晶が得られてしまう。 $\text{Li}_3\text{N}$ 、 $\text{M}_3\text{N}_2$ のみから生成する結晶は自形性の優れた透明感のある結晶は得られない。

上記成形体或いは積層体は周知の高温、高圧装置に装填され、所定の条件に保持されてCBNが

## 4

合成される。合成はCBNの熱力学的安定域である1300℃~1600℃、40~60Kbarの条件で行なわれる。

(効果)

本発明の方法によれば成長するCBN粒子内に微量のSiが取り込まれ、それが特定面に現れるので結晶の(111)面が発達して粒子の角が鋭くなり、またSiとCBNが固溶体となつて格子定数が大きくなり、CBN粒子が強靱となる。さらにCBN粒子は扁平粒が殆んどなく、自形性に優れたものとなる。

このため本発明の砥粒を使用すれば研削比の向上、使用電力の削減をもたらす。

さらに本発明においては触媒物質にSiが含まれているため、CBN合成時にSiが均一に作用し、Si又は触媒でないSi化合物を混合する場合に比べSi量が少なくてすみ、CBNの収率低下を来たすことがない。

以下、実施例、比較例を示し、本発明の作用効果を明確にする。

実施例

325メッシュ以下のHBN、 $\text{LiCaBN}_2$ 、 $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$ を重量比で100:10:1の割合で混合し、成形圧1.5t/cm<sup>2</sup>で26mmφ×32mmhの円柱状に成形した。その密度は1.72g/cm<sup>3</sup>であつた。これを高温、高圧反応器に装填し、圧力50kbar、温度1450℃の条件で10分保持し、CBNを合成した。その結果CBNのHBNに対する変換率は32%であつた。粒子を顕微鏡で観察すると角が鋭く切刃を有しているのが見られた。

比較例

$\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_6$ を使用しない以外は実施例と同じにしてCBNを合成した。変換率は実施例と変わらなかったが、粒子の角の鋭さがやや劣っていた。

上記実施例、比較例のCBN粒子をそれぞれJIS、B4130の方法で分級し、#120/140のCBN粒子を得た。次いでそれぞれの粒子によつて砥石を作成して砥削比および使用動力を比較した。

砥石の作成方法は、先ずCBNの#120/140粒度の粒子をNi/(Ni+CBN)が60%となるようにNiメッキを施し、このNiメッキしたCBN粒子35部、フェノール樹脂25部、微粉炭化けい素40部を混合、成形し、熱硬化させ砥石とした。

これらの砥石を用いて研削試験を行なつた。研

5

6

削試験に使用した鋼種は、特殊鋼SKH-57 (HRC64) を用い、砥石周速度 $1500\text{ m/min}$ 、切込み $20\mu\text{m}$ 、テーブル送り $15\text{ m/分}$ 、クロス送り $2\text{ mm/パス}$ で湿式平面研削により、研削比 (= 研削量/砥石の摩耗量)、及びその場合の使用電力  $5\text{ W}$  を比較した。その結果を次の表に示す。

粒子によつて作成した砥石の研削性能が優れていることがわかる。

砥石	研削比	使用電力 $W$
実施例	280	780
比較例	225	880

10

これより本発明の方法によつて合成したCBN